






**BIODEGRADABLE FILTER MATERIAL AND METHOD FOR ITS MANUFACTURE**

**Patent number:** EP0861036  
**Publication date:** 1998-09-02  
**Inventor:** LOERCKS JUERGEN (DE); SCHMIDT HARALD (DE)  
**Applicant:** BIOTEC BIOLOG NATURVERPACK (DE)  
**Classification:**  
- international: **A24D3/08; A24D3/00;** (IPC1-7): A24D3/08  
- european: A24D3/08  
**Application number:** EP19960933415 19960927  
**Priority number(s):** DE19951036505 19950929; WO1996EP04234 19960927

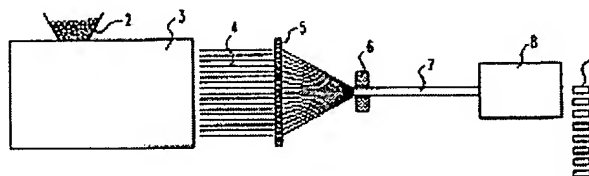
**Also published as:**

 WO9712528 (A1)  
 EP0861036 (A1)  
 US6062228 (A1)  
 DE19536505 (A1)  
 TR9800561T (T1)

more &gt;&gt;

[Report a data error here](#)

Abstract not available for EP0861036  
Abstract of corresponding document: **US6062228**  
PCT No. PCT/EP96/04234 Sec. 371 Date Mar. 30, 1998 Sec. 102(e) Date Mar. 30, 1998 PCT Filed Sep. 27, 1996 PCT Pub. No. WO97/12528 PCT Pub. Date Apr. 10, 1997 There is provided a biodegradable filter tow or filter material from renewable raw materials for the use as a tobacco smoke filter element of cigarettes, cigars or pipes as well as a method for preparing it, wherein fibers, films or foams prepared in an extrusion method from biopolymers based on thermoplastic starch or its polymer compositions are processed to the filter tow or filter material according to the present invention. The advantages of this invention reside in the use of mainly renewable raw materials, a fast and complete biodegradability of the natural biopolymer filter material, a pollutant-reducing flavor-increasing filtering effect and an economically favorable preparation method.



---

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 0 861 036 B1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des  
Hinweises auf die Patenterteilung:  
**12.01.2000 Patentblatt 2000/02**

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>: **A24D 3/08**

(86) Internationale Anmeldenummer:  
**PCT/EP96/04234**

(21) Anmeldenummer: **96933415.0**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:  
**WO 97/12528 (10.04.1997 Gazette 1997/16)**

(22) Anmeldetag: **27.09.1996**

**(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON BIOLOGISCH ABBAUBAREM FILTERMATERIAL**  
**METHOD FOR THE MANUFACTURE OF BIODEGRADABLE FILTER MATERIAL**  
**PROCEDE DE FABRICATION DE MATERIAU DE FILTRE BIODEGRADABLE**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC**  
**NL PT SE**

(30) Priorität: **29.09.1995 DE 19536505**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**02.09.1998 Patentblatt 1998/36**

(73) Patentinhaber:  
**bio-tec Biologische Naturverpackungen GmbH**  
**& Co. KG**  
**46446 Emmerich (DE)**

(72) Erfinder:

- **LÖRCKS, Jürgen**  
**D-46459 Rees (DE)**
- **SCHMIDT, Harald**  
**D-46446 Emmerich (DE)**

(74) Vertreter: **VOSSIUS & PARTNER**  
**Siebertstrasse 4**  
**81675 München (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:

<b>EP-A- 0 541 050</b>	<b>EP-A- 0 614 620</b>
<b>GB-A- 2 205 102</b>	<b>US-A- 4 863 655</b>
<b>US-A- 5 153 037</b>	<b>US-A- 5 497 793</b>

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

**EP 0 861 036 B1**

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von biologisch abbaubarem Filtermaterial aus nachwachsenden Rohstoffen zur Verwendung als Tabakrauchfilterelement von Zigaretten, Zigarren oder Pfeifen.

[0002] Raucherartikel wie z.B. Zigaretten haben eine zylindrische Form, in der das rauchbare Tabakmaterial in geschreddeter Form von einer Hülle aus Papier umgeben ist. Überwiegend besitzen diese Zigaretten an einem Ende ein Filter, das mit der Zigarette durch eine Banderole verbunden ist. Filterelemente und Zigarettenfilter sind in der Literatur umfangreich als Filtertow beschrieben. Für die Herstellung von Zigarettenfilter wird üblicherweise ein Fasermaterial aus den Werkstoffen Cellulose-2,5-acetat oder Polypropylen verwendet. Bekannt ist ferner die Verwendung von Papier oder Watte. Gemäß bekannten Verfahren wird Celluloseacetatfasermaterial im wesentlichen nach dem Düsenspinnverfahren hergestellt. Aus den Celluloseacetatfilamenten und/oder aus Celluloseacetatspinnfasern, die gekräuselt bzw. stauchkammergekräuselt sind, werden die Filtertows zunächst als Filterstäbe hergestellt, indem das gekräuselte Band gestreckt, im Volumen vergrößert und in einer Formatiereinrichtung auf die gewünschte Dimension gebracht und mit Papier umwickelt wird. Die Cellulose-2,5-acetatorohstoffe werden üblicherweise mit Glycerinacetat als Weichmacher compounding, welches nicht unproblematisch im Tabakrauch enthalten ist. Zur Definition und Beschreibung eines Filtertows und Tabakrauchfilterelementes wird auf die DE-A-41 09 603 und die DE-A-1 079 521 verwiesen. Verfahren zur Herstellung von Filtertows und Filterzigaretten werden u.a. in den Druckschriften US-A-5 402 802, DE-A-41 09 603, JP-A-5-377 812, EP-A-0 285 811, WO 93/02070, JP-A-5-392 586, WO 92/15209, und EP-A-0 641 525 beschrieben. Ebenso wurden zahlreiche Vorschläge zur Herstellung und Verwendung von biologisch abbaubaren Zigarettenfiltern veröffentlicht, die auf Basis von Celluloseester und/oder Polyhydroxybuttersäure (PHB) bzw. einem Copolymer aus Polyhydroxybuttersäure/Polyhydroxyvaleriansäure (PHB/PHV) hergestellt werden, z.B. DE-A-43 22 965, DE-A-43 22 966, DE-A-43 22 967. Um eine beschleunigte biologische Abbaubarkeit von Cellulosediacetaten zu erreichen, die unter normalen Klimabedingungen erst in ein bis zwei Jahren biologisch abgebaut sind (M. Korn, Nachwachsende und bioabbaubare Materialien im Verpackungsbereich, 1. Auflage, 1993 Verlag Roman Kovar, München, Seite 122), sind vielschichtige Problemlösungen bekannt. In der EP-A-0 632 968 wird die Verwendung von cellulosekettenspaltenden Enzymen und in der DE-A-43 22 966 die Verwendung der abbaufördernden Zusatzstoffe Harnstoff und Harnstoffderivate vorgeschlagen. Auch der EP-A-0 632 970 liegt das Problem der Beschleunigung der Abbaugeschwindigkeit von Celluloseacetatfiltern zugrunde, das durch eine Additivierung mit Stickstoffverbindungen gelöst werden soll. In der DE-A-43 25 352 wird vorgeschlagen ein mit  $\epsilon$ -Caprolacton modifiziertes Celluloseacetat zur Herstellung von Filamenten zu verwenden. Die EP-A-0 632 969 zeigt ein abbaubares Celluloseacetat mit niedrigem Substitutionsgrad (Celluloseacetat mit einem Substitutionsgrad von  $> 2$  gilt als schwer abbaubar). Die EP-A-0 597 478 offenbart ein Celluloseacetat mit einem Substitutionsgrad  $< 2,15$  und abbaubeschleunigenden Additiven wie Polycaprolacton. Die EP-A-0 634 113 beschreibt ein Tabakfilter und ein Verfahren zu seiner Herstellung auf Basis von Celluloseestermonofilamenten unter Verwendung von bis zu 30 % wasserlöslichen Polymeren, z.B. Stärken, um die Abbaubarkeit des Filtertows zu verbessern. Die EP-A-0 641 525 schlägt zur Verbesserung der Abbaubarkeit von Zigarettenfiltern auf Basis von Celluloseacetat(-fasern) die Mitverwendung von wood pulp vor. Auch die US-A-5 396 909 beschreibt ein Zigarettenfilter mit einem Filtertow aus Celluloseacetat. Die WO 93/07771 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines Zigarettenfilters aus Cellulose-2,5-acetat, für welches durch die Mitverwendung von Stärke die Abbaugeschwindigkeit beschleunigt werden soll. Die E-A-0 597 478 betrifft ein biologisch abbaubares Celluloseacetat mit einem Substitutionsgrad von 1,0 bis 2,15 zur Verwendung als Rohstoff für die Herstellung von u.a. Zigarettenfiltern. Die EP-A-0 539 191 zeigt ein leichtgewichtiges Zigarettenfilter, in dem das Filtermaterial teilweise aus einem geschlossenporigen Schaum besteht. Dadurch wird eine Gewichtsreduktion des Filters erreicht. Eine verbesserte biologische Abbaubarkeit offenbaren die DE-A-40 13 293 und die DE-A-40 13 304 durch Verwendung des Biopolymers Polyhydroxybuttersäure und/oder des Copolymers Polyhydroxybuttersäure/Polyhydroxyvaleriansäure (PHB/PHV) als Faserrohstoff zur Herstellung eines Filtertows.

[0003] EP-A-0 614 620 beschreibt ein biologisch abbaubares Filterelement in Form eines Schaums oder einer Folie auf Basis von Stärke. Das Filtermaterial wird durch Extrusion hergestellt. Die Extruderanlage weist mehrere Temperaturzonen auf.

[0004] GB-A-2 205 102 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von Zigarettenfiltern aus extrudiertem Polysaccharidmaterial wie z.B. Stärke, in Form von Folie, Schaum oder Strang. Biologisch abbaubare Stärkefasern und ihre Verwendung in Zigarettenfiltern sind aus EP-A-0 541 050 bekannt.

[0005] Wie diese Vielzahl von Lösungsmöglichkeiten zeigen, besteht aufgrund des gestiegenen Umweltbewußtseins das Bedürfnis nach einem verbesserten Filtermaterial, z.B. für Zigarettenfilter, mit insbesondere guten biologischen Abbaueigenschaften.

[0006] Aufgabe der Erfindung ist es, ein Filtertow bzw. ein Filtermaterial aus nachwachsenden Rohstoffen zur Herstellung von Zigarettenfiltern bzw. Filtern für Raucherwaren bereitzustellen, das gute Filtereigenschaften aufweist, keine Beeinflussung des Rauchgenusses bzw. Aromaverlust verursacht und dessen biologische Abbaubarkeit verbessert wird.

[0007] Diese Aufgabe wird mit den Merkmalen der Ansprüche gelöst.

[0008] Bei der Lösung dieser Aufgabe geht die Erfindung von dem Grundgedanken aus, ein Filtertow bzw. Filtermaterial aus Fasern und Filamenten aus Biopolymeren auf Basis von thermoplastischer Stärke und deren Polymermischungen herzustellen.

[0009] Biopolymere Werkstoffe aus nachwachsenden Agrarrohstoffen sind in den letzten Jahren aus mehreren Gründen in den Mittelpunkt des öffentlichen Interesses gerückt. Die Gründe hierfür sind beispielsweise die Innovation in der Entwicklung von Werkstoffen aus Biopolymeren, die Schonung fossiler Rohstoffe, die Reduktion des Müllaufkommens durch schnelle, vollständige biologische Abbaubarkeit im natürlichen Kreislauf, der Klimaschutz durch Verringerung der CO<sub>2</sub>-Freisetzung, sowie Verwendungsmöglichkeiten für die Landwirtschaft. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Filtertow aus Biopolymeren versehene Zigarettenfilter werden nach dem Gebrauch durch natürliche Zersetzungsprozesse schnell biologisch abgebaut und stellen eine Problemlösung dar, beispielsweise hinsichtlich der Vermeidung von Verstopfungen und Funktionsstörungen in Kläranlagen, die durch abgerauchte Zigarettenreste verursacht werden, die hauptsächlich über das öffentliche Kanalnetz eingeschwemmt werden. Die verwendeten Biopolymere, im wesentlichen bestehend aus Stärkewerkstoffen mit thermoplastischen Eigenschaften, zerfallen in kurzer Zeit in die Ausgangsprodukte Kohlendioxid und Wasser, wenn sie der Witterung unter weiterer Einwirkung von Mikroorganismen ausgesetzt werden oder ins Abwasser gelangen. Besonders vorteilhaft ist ferner, daß ein derartiges Tabakrauchfilter die Teer- und Kondensatgehalte im Tabakrauch reduziert, ohne den Rauchgenuß geschmacklich zu beeinflussen.

[0010] Nachfolgend soll die Erfindung anhand von Beispielen und dazugehörigen Zeichnungen erläutert werden. Es zeigen:

- Fig. 1 ein Verfahrensschema der Filterherstellung aus Stärkepolymerfasern,
- Fig. 1a einen Querschnitt eines nach Fig. 1 hergestellten Filterelementes,
- Fig. 1b einen Längsschnitt eines nach Fig. 1 hergestellten Filterelementes,
- Fig. 1c einen Längsschnitt einer Zigarette mit einem nach Fig. 1 hergestellten Filter,
- Fig. 2 ein Verfahrensschema der Filterherstellung aus biopolymeren Folien.
- Fig. 2a einen Querschnitt eines nach Fig. 2 hergestellten Filterelementes,
- Fig. 2b einen Längsschnitt eines nach Fig. 2 hergestellten Filterelementes,
- Fig. 2c einen Längsschnitt einer Zigarette mit einem nach Fig. 2 hergestellten Filter,
- Fig. 3 ein Verfahrensschema der Filterherstellung aus Stärkeschaum,
- Fig. 3a einen Querschnitt eines nach Fig. 3 hergestellten Filterelementes,
- Fig. 3b einen Längsschnitt eines nach Fig. 3 hergestellten Filterelementes,
- Fig. 3c einen Längsschnitt einer Zigarette mit einem nach Fig. 3 hergestellten Filter,
- Fig. 4 eine graphische Darstellung der biologischen Abbaubarkeit verschiedener Filtermaterialien.

[0011] Die zur Herstellung von Filterelementen aus dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Filtertow bzw. Filtermaterial verwendeten Stärkewerkstoffe haben thermoplastische Eigenschaften, die eine Verarbeitung nach Adaption der Betriebsbedingungen ähnlich der synthetischen Polymeren und/oder Celluloseacetaten im "Melt Blown"-Verfahren oder im Spinnvliesverfahren ermöglichen. Das "Melt Blown"-Verfahren zur Herstellung von biopolymeren Fasern aus einer Schmelzspinnmasse benutzt eine Extrusionsanlage, vorzugsweise mit einer Schmelzpumpe und speziellen "Melt Blown"-Düsen, die reihenförmig auf einer Düsenleiste mit ca. 1000 Düsen angeordnet sind. Die extrudierten Fasern auf Basis der Stärkepolymerwerkstoffe BIOPLAST® GF 102 und/oder GF 105 werden als endlose Fäden mit einem Faserdurchmesser von 1 bis 35 µm durch Luft verwirbelt, abgekühlt und bei Bedarf geschlichtet. Unter in Axialrichtung blasenden Luftströmen, die anfangs auf 40 bis 120°C erwärmt sind und durch Variation mit kalter Luft die Faserform beeinflussen, werden die Fasern in den folgenden Verfahrensschritten zum Faserbündel bzw. Faserstrang zusammengefaßt, auf ein umlaufendes Band abgelegt und in einem Kalandrier mit teils heizbaren, teils kühlbaren Walzen zu einem Endlosfilter bzw. Filtertowstab verpreßt und kalibriert. Diese Fasern werden nicht besonders verstreckt und haben daher eine weiche flauschige Struktur mit einer für ein Filtertow notwendigen großen Filteroberfläche.

[0012] Im Spinnvliesverfahren werden Stärkewerkstoff-Thermoplaste auf Basis der Stärkepolymerwerkstoffe BIOPLAST® GF 102 und/oder GF 105 mit MFI (Schmelzindex nach DIN 53 735) 18-200 im Extruder mit Spinnpumpe sowie Spinn Düse mit Düsenplatte und mehr als 1000 Düsenöffnungen zu hochfeinen Fasern und einem Spinnvlies verarbeitet. Dabei wird aus den einzelnen Filamenten ein Fadenvorhang hergestellt, in dem die an der Düse seitlich zugeführte Kühlluft so beschleunigt wird, daß die Filamente verstreckt werden. Die extrudierten Fäden fallen 3 - 10 m tief in einen Fallschacht, dabei wird durch die Falltiefe bei der niedrigen Schmelzviskosität und durch die axiale Luftströmung eine Verstreckung (1:5 bis 1:100) der Fasern erreicht, die dadurch eine beträchtlich erhöhte Festigkeit und einen Fadendurchmesser von 1 bis 30 µm erhalten. Am unteren Ende des Schachtes werden Luft und Fäden gleichmäßig verwirbelt, so daß die gebildeten Filamente aus dem Stärkewerkstoff zu einem unverfestigten Band zusammengefaßt werden, in einer Stauchkammerkräuselmaschine gekräuselt und auf einer Filterstabmaschine zu Filterstäben verarbeitet werden.

[0013] Gemäß einem in Figur 1 dargestellten bevorzugten Verfahren zur Herstellung der Filterelemente 1 nach der

Erfindung wird ein Stärkopolymer-Granulat 2, das als Ausgangsstoff dient, unter Beimischung ausgewählter Additive in einer Extruderanlage 3 zu einer Schmelze verarbeitet und als Folie in Form von einzelnen Fasern 4 durch eine Düsenplatte mit einer entsprechenden Anzahl von Öffnungen extrudiert. Die Fasern 4 durchlaufen eine drehende Verspinnungsplatte 5, werden zu einem Faserbündel zusammengefaßt, anschließend durch eine Führung 6, beispielsweise Kompressionswalzen, gezogen und zu einem Endlosfilter 7 ausgeformt. In einer Konfigurationsanlage 8 erfolgt die abschließende Formgebung, wobei der Endlosfilter 7 gegebenenfalls nochmals einer Stauchkammerkräuselmaschine zugeführt und in einer Filterstabmaschine zu einzelnen Filterelementen 1 verarbeitet wird.

[0014] Die Figuren 1a und 1b zeigen jeweils einen Querschnitt sowie einen Längsschnitt eines Filterelementes 1 aus Fasern 4 eines Stärkopolymers.

Die Figur 1c zeigt einen Längsschnitt einer Zigarette 10 mit dem nach der Erfindung hergestellten Filterelement 12, wobei ein Tabak 11 enthaltender Abschnitt und ein das Filterelement 1 enthaltender Abschnitt mit Zigarettenpapier 12 umwickelt und verbunden sind, sowie das Filterelement 1 und der Übergangsbereich zum den Tabak 11 enthaltenden Abschnitt mit einer weiteren Banderole 13 zur Verstärkung umhüllt sind.

[0015] Nachfolgend werden die nach der Erfindung zu verwendenden Biopolymere auf Basis nachwachsender Rohstoffe beschrieben. Sie sind für die Herstellung von Fasern, Filamenten, Faserfiltern und Watten geeignet, basieren im wesentlichen auf Stärke und umfassen insbesondere thermoplastische Stärke und die Gruppe der Polymermischungen aus thermoplastischer Stärke und weiteren abbaubaren Polymerkomponenten, wie Polymilchsäure, Polyvinylalkohol, Polycaprolacton, aliphatische und aromatische Polyester und deren Copolymere. Weitere verwendete Additive sind

Plastifizierungsmittel, wie Glycerin und deren Derivate, sechswertige Zuckeralkohole, wie Sorbit und deren Derivate. Die Herstellung der thermoplastischen Stärke erfolgt in einer ersten Verfahrensstufe unter Zuhilfenahme eines Quell- oder Plastifizierungsmittels ohne Zugabe von Wasser und unter Verwendung von trockener bzw. getrockneter Stärke und/oder Stärke, die durch Entgasung bei der Verarbeitung getrocknet wird. Stärken enthalten als native Stärken handelsüblich 14 % Wasser, Kartoffelstärke sogar 18 % natürliche Feuchtigkeit als Ausgangsfeuchte. Wenn eine Stärke mit mehr als 5 % Feuchtigkeit unter Druck und/oder Temperatur plastifiziert bzw. verkleistert wird, entsteht eine destrukturierte Stärke, deren Herstellungsverfahren endotherm abläuft. Das Herstellungsverfahren der thermoplastischen

Stärke ist demgegenüber ein exothermer Vorgang. Zudem betragen die kristallinen Anteile bei der thermoplastischen Stärke weniger als 5 % und bleiben unverändert. Bei destrukturierter Stärke sind die kristallinen Anteile unmittelbar nach der Herstellung ebenfalls gering, jedoch nehmen diese bei Lagerung von destrukturierter Stärke wieder zu. Veränderungen unterworfen ist auch der Glasumwandlungspunkt, welcher bei thermoplastischer Stärke bei -40°C verbleibt, während er vergleichsweise bei destrukturierter Stärke wieder auf über 0°C ansteigt (vgl. auch EP-A-0 397 819).

Aus diesen Gründen werden destrukturierte Stärke und Werkstoffe auf Basis destrukturierter Stärke bei Lagerung allmählich relativ spröde. Bei der Herstellung der Polymermischungen werden Phasenvermittler für die Homogenisierung der hydrophilen und polaren Stärkopolymerphase und der hydrophoben und unpolaren Polymerphase verwendet, die entweder zugefügt werden oder vorzugsweise bei der Herstellung der Polymermischung in situ entstehen. Als Phasenvermittler werden Blockcopolymere verwendet, die u.a. in der WO 91/16375, EP-A-0 539 544, US-A-5 280 055 und EP-A-0 596 437 beschrieben sind. Die intermolekulare Compoundierung dieser unterschiedlichen Polymeren erfolgt unter differenzierten Temperatur- und Scherbedingungen zu verarbeitungsfähigen Granulaten. Diese thermoplastischen Blends werden durch Ankopplung der Phasengrenzflächen zwischen den wenig verträglichen Polymeren technologisch so hergestellt, daß die Verteilungsstruktur der dispersen Phase bei der Verarbeitung durch das optimale Verarbeitungs- fenster (Temperatur- und Scherbedingungen) erreicht wird. Die Materialeigenschaften von Celluloseacetatfaser-Filter und anderen Filtern aus niedermolekularen Biopolymeren wie Polyhydroxybuttersäure (PHB) und Polymilchsäure (PLA) sowie Filtern mit dem Filtermaterial aus Stärkopolymerfasern unterscheiden sich aufgrund der unterschiedlichen chemischen Struktur der Polymeroberflächen voneinander. Die verwendeten Stärken als Makromolekül haben ein Molekulargewicht > 1 Million durch die mit mehr als 75 % dominierende Amylopektinfraktion.

Dies führt zusammen mit der hydrophilen Polymeroberfläche zu verbesserten Adhäsionseigenschaften der zu filternden Schadstoffteilchen im Tabakrauch. Insbesondere wird die Kondensatkonzentration im inhalierbaren Tabakrauch im Vergleich zu Celluloseacetat-Filter reduziert. Dieser Effekt wird von dem Anteil an Stärkopolymer-Feinfasern und der Hydrophilie der Faser beeinflusst.

[0016] Geeignete Polymermischungen auf Basis thermoplastischer Stärke und Verfahren zu deren Herstellung sind beispielsweise aus der DE-A-43 17 696, WO 90/05161, DE-A-41 16 404, EP-A-0 542 155, DE-A-42 37 535 und der DE-A-195 13 235 bekannt und wurden ferner in der PCT/EP 94/01946, der DE-A-196 24 641, der DE-A-195 13 237, der DE-A-195 15 013, der CH 1996-1965/96 und der DE-A-44 46 054 vorgeschlagen.

[0017] Wie die Fig. 2 zeigt, wird nach einem weiteren erfindungsgemäßen Verfahren das Filtertow bzw. Filtermaterial für Zigaretten und Rauchwaren aus einer Folie 16 aus einem Stärkewerkstoff hergestellt, indem die Folie 16 gekräuselt, gefaltet und in Längsrichtung orientiert als Rundfilterstab hergestellt und mit einer äußeren Umhüllung aus Papier und/oder Folienmaterial versehen wird. Die nach der Erfindung zu verwendenden Ausgangsstoffe entsprechen den bereits beschriebenen Polymerwerkstoffen, die im wesentlichen auf Stärke basieren. Ein Filtertow aus gekräuselter und perforierter Folie aus Celluloseacetat wird in der US-A-5 396 909 bekannt gemacht. Gemäß dem in Figur 2

matisch dargestellten Verfahren wird ein Stärkopolymer-Granulat 2 (Stärkewerkstoff BIOPLAST® GF 102) in einer Extruderanlage 3 und daran angeschlossener Folienblasanlage 15 zu einer Folie 16 (BIOFLEX® BF 102) verarbeitet. Die Folie 16 hat folgende Eigenschaften:

Sie besteht zu 100 % aus kompostierbarer Monofolie, entspricht den Qualitätsanforderungen der DIN 54 900 Prüfnormen für biologisch abbaubare Werkstoffe und besitzt die "ok Compost" Zertifizierung. Die Foliendicke beträgt 15-40 µm, die Dichte 1,2 g/cm<sup>3</sup>, die Zugfestigkeit längs 20 N/mm<sup>2</sup>, die Zugfestigkeit quer 15 N/mm<sup>2</sup> und die Wasserdampfdurchlässigkeit 600 g/24 Std./m<sup>2</sup> (bei 23°C, und 85 % relativer Luftfeuchte). Eine Folie mit einem "harten Griff" und einer Folienstärke von 30 µm wird in Streifen geschnitten, gereckt, in einer Kräuselanlage 17 gekräuselt, gefalten, gegebenenfalls perforiert und in einer Konfigurationsanlage 8 abschließend zu einzelnen Filterelementen 1 verarbeitet. Vorteilhaft ist hierbei, daß die Stärkefolie 16 eine viel höhere Wasseraufnahme hat als synthetische Polymerfolien wie Polyethylen-, Polypropylen- und Celluloseacetat-Folien. Dadurch wird die Kondensataufnahme steuerbar und die Flexibilität des Filters nimmt zu. Filtertows bzw. Filtermaterialien können auch aus biopolymeren Folien hergestellt werden, die wenigstens teilweise thermoplastische Stärken enthalten. Dazu wird beispielsweise auf die DE-A-43 17 696, DE-A-42 28 016, WO 90/05161, DE-A-41 16 404, EP-A-0 542 155, DE-A-42 37 535, PCT/EP 94/01946, DE-A-44 46 054, DE-A-195 13 235, sowie auf die DE-A-195 13 237, DE-A-196 24 641, CH 1996-1965/96 und die DE-A-195 15 013 verwiesen.

[0018] Die Figur 2a zeigt einen vergrößerten Querschnitt und die Figur 2b einen vergrößerten Längsschnitt eines Filterelementes 1 aus einer gekräuselten biopolymeren Folie 16.

[0019] Die Figur 2c zeigt einen Längsschnitt einer Zigarette 10 mit einem gemäß in Figur 2 dargestellten Verfahren hergestellten Filterelement 1. Ein den Tabak 11 enthaltender Abschnitt und ein das Filterelement 1 enthaltender Abschnitt der Zigarette 10 sind mit Zigarettenpapier 12 umwickelt. Zusätzlich ist das Filterelement 1 bis in den Übergangsbereich zum den Tabak 11 enthaltenden Abschnitt mit einer verstärkenden Banderole 13 umhüllt.

[0020] Fig. 3 zeigt ein Verfahrensschema für die Herstellung eines erfindungsgemäßen Filtertows bzw. Filtermaterials zur Verwendung als Zigarettenfilter und Filter für Rauchwaren aus einem extrudierten Schaum aus nachwachsenden Rohstoffen wie Stärke.

[0021] Die Herstellung von Stärkeschaum durch Extrusion ist prinzipiell z.B. aus der DE-A-32 06 751 und der DE-A-43 17 697 bekannt. Bereits seit etwa 1930 ist die sogenannte Kochextrusion von Stärke bekannt. Dabei wird vorzugsweise in einem Zweiwellenextruder die Stärke unter Druck und Temperatur gelatinisiert, destrukturiert und als Schaumstrang ausextrudiert. Vorrangige Anwendung findet diese Verfahrenstechnik bei der Herstellung von geschäumten Snackprodukten. Auch sind extrudierte Stärkeschäume als Verpackungschips bekannt. Die EP-A-0 447 792 offenbart ein Verfahren zum Herstellen von Papierschaum aus Papierfasern, Stärke und vollverseiftem Polyvinylalkohol durch Extrusion zur Verwendung als Dämmaterial.

[0022] Nach der Erfindung (Fig. 3) wird in einer Extrusionsanlage 3 Stärkeschaum 20 aus einem Ausgangsgemisch 21 von Stärke, vorzugsweise nativer Kartoffelstärke, und plastifizierenden und filmbildenden Additiven durch thermische und mechanische Energieeinleitung verdichtet, gegebenenfalls modifiziert, plastifiziert und durch Temperatur- und Druckabfall expandiert, als aufgeschäumtes Rundprofil in einem Durchmesser von 10 mm hergestellt und im Formatierungsprozeß auf einen Durchmesser von 7,8 mm rundgewalzt und zu Filterstäben mit einer Länge von 12,6 mm verarbeitet. Das spezifische Raumgewicht der Schaumfilterelemente beträgt 12 kg/m<sup>3</sup>. Besonders vorteilhaft ist hierbei, daß der extrudierte Stärkeschaum 29 im wesentlichen offenporig ist, so daß das aufgeschäumte Filtermaterial aus destrukturierter Stärke mit einem kristallinen Anteil von weniger als 5 % in der Lage ist, die im Tabakrauch enthaltenen Flüssigkeiten und flüssigen Schadstoffe, wie Kondensat und Teerprodukte, zu adsorbieren, wobei der Stärkeschaumstoff selbst keine inhalierbaren, flüchtigen Produkte in den Tabakrauch emittiert.

[0023] Die Figur 3a zeigt einen vergrößerten Querschnitt und die Figur 3b einen vergrößerten Längsschnitt eines Filterelementes 1 aus einem Stärkeschaum 20.

[0024] Die Figur 3c zeigt einen Längsschnitt einer Zigarette 10 mit einem Filterelement 1 wie es gemäß in Figur 3 dargestelltem Verfahren hergestellt wird. Dem Tabak 11 und das Filterelement 1 enthaltende Abschnitte der Zigarette 10 sind gemeinsam mit Zigarettenpapier 12 umwickelt. Ferner ist das Filterelement 1 bis in den Übergangsbereich zum den Tabak 11 enthaltenden Abschnitt mit einer äußeren, verstärkenden Banderole 13 umwickelt.

[0025] In einem einstufigen Verfahren, wie in Fig. 3 dargestellt, wird der Stärkeschaum 20 durch Extrusion mittels eines Zweiwellenextruders Continua 37® hergestellt und in einem Kompressionsschritt verdichtet, wobei er in einer Kalandranlage 22 zu einem Endosfilter 7 verarbeitet wird. Die abschließende Formgebung und Vereinzelung zu Filterelementen 1 erfolgt in einer Konfigurationsanlage 8. Die Verfahrensbedingungen und Rezepturen zur einstufigen Verfahrensgestaltung der Herstellung des Filtertows bzw. Filtermaterials aus Stärkeschaum sind in Tabelle I und IA anhand von je 4 Beispielen gezeigt. Dabei stellt ein im wesentlichen elastischer und komprimierbarer Filtertow mit einer offenporigen Schaumstruktur ein befriedigendes Verfahrensergebnis dar (Beispiele 1 bis 3 und 5 bis 8). Bei den Verfahren gemäß Beispiel 1 bis 8 (Tabelle I und Ia) und Fig. 3 wird ein Zweiwellenextruder vom Typ Continua C 37 der

## EP 0 861 036 B1

Firma Werner & Pfleiderer zur Extrusion des Stärkeschaum-Materials verwendet. Er weist eine Düsenplatte auf, die mit 1 bis 4 Düsenöffnungen mit jeweils Durchmesser von 1,5 bis 4 mm ausgestattet sein kann. Die Temperatureinstellung der Extruderanlage erfolgt durch externe Kühl-Heizgeräte. Die Extruderanlage hat sechs Temperaturzonen, wobei die ersten vier Zonen auf Temperaturen von 25 bis 140°C gehalten werden. Die Temperaturzonen 5 und 6 können mit Temperatureinstellungen von 140 bis 165°C gefahren werden. Die bevorzugten Temperatureinstellungen sind der Tabelle I und Ia entnehmbar:

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Tabelle I

## Beispiel

## Zweiwellenextruder

	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3	Nr. 4
Extruderdaten Typ	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37
Temp. Zone 1	40°C	40°C	40°C	40°C
Temp. Zone 2	70°C	70°C	70°C	70°C
Temp. Zone 3	150°C	150°C	150°C	150°C
Temp. Zone 4	170°C	170°C	170°C	165°C
Temp. Zone 5	185°C	- 185°C	185°C	180°C
Temp. Zone 6	200°C	200°C	200°C	195°C
Upm	350	350	350	350
Drehmoment t	70	70	63	63
Temp. Schmelze	195°C	180°C	190°C	190°C
Druck Schmelze	50 bar	40 bar	30 bar	30 bar
Düsensdurchmesser	2,5 mm	4,0 mm	4,0 mm	4,0 mm
Düsenanzahl	1	1	1	1
Düsenplatzierung	Zentral	Zentral	Zentral	Zentral
Dosierung	Flüssigdosierung Wasser	5/55	5/35	5/10
	16,0 kg/h	20,0 kg/h	23,0 kg/h	16,0 kg/h
Rezepturen	Kartoffelstärke	74,906 t	74,906 t	96,618 t
	Treibmittel	2,247 t	2,247 t	2,877 t
	PVOH	22,472 t	22,472 t	0,000 t
	Fließhilfsmittel	0,375 t	0,375 t	0,483 t

Tabelle I - Fortsetzung

Beispiel	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3	Nr. 4
Kalander	Druck Kalandervälzenpaar 1	10 N/cm <sup>2</sup>	10 N/cm <sup>2</sup>	10 N/cm <sup>2</sup>
	Druck Kalandervälzenpaar 2	30 N/cm <sup>2</sup>	30 N/cm <sup>2</sup>	30 N/cm <sup>2</sup>
	Druck Kalandervälzenpaar 3	50 N/cm <sup>2</sup>	50 N/cm <sup>2</sup>	50 N/cm <sup>2</sup>
	Druck Kalandervälzenpaar 4	70 N/cm <sup>2</sup>	70 N/cm <sup>2</sup>	70 N/cm <sup>2</sup>
Eckdaten	Durchmesser Endlosfilter	0,95 cm	0,85 cm	0,80 cm
	Durchmesser Filter komprimiert	0,78 cm	0,78 cm	0,78 cm
				nicht meßbar
	Dichte Endlosfilter	10,0 kg/m <sup>3</sup>	12,6 kg/m <sup>3</sup>	11,4 kg/m <sup>3</sup>
	Dichte Filter komprimiert	13,3 kg/m <sup>3</sup>	14,9 kg/m <sup>3</sup>	11,9 kg/m <sup>3</sup>
				nicht meßbar
Bemerkungen	elastisch	elastisch	elastisch	sehr fest
	flexibel	flexibel	flexibel	brüchig
	komprimierbar	komprimierbar	komprimierbar	nicht komprimierbar
	offenporig	offenporig	offenporig	grobe Struktur
	ger Schaum	ger Schaum	ger Schaum	ger Schaum

Tabelle Ia

## Beispiel

## Zweiwellenextruder

Nr. 5                      Nr. 6                      Nr. 7                      Nr. 8

Extruderdaten Typ	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37
Temp. Zone 1	40°C	40°C	40°C	40°C
Temp. Zone 2	70°C	70°C	70°C	70°C
Temp. Zone 3	150°C	150°C	150°C	150°C
Temp. Zone 4	170°C	170°C	170°C	165°C
Temp. Zone 5	185°C	185°C	185°C	180°C
Temp. Zone 6	200°C	200°C	200°C	195°C
U <sub>pm</sub>	350	350	350	350
Drehmoment $\frac{1}{2}$	85	90	70	70
Temp. Schmelze	195°C	180°C	190°C	190°C
Druck Schmelze	50 bar	40 bar	30 bar	15 bar
Düsendurchmesser	2,5 mm	4,0 mm	4,0 mm	4,0 mm
Düsenzahl	1	1	1	1
Düsenplatzierung	Zentral	Zentral	Zentral	Zentral

Dosierung	Flüssigdosierung, Wasser	5/55	5/35	5/10
	Feststoffdosierung	16,0 kg/h	20,0 kg/h	23,0 kg/h

Rezepturen	Kartoffelstärke	74,906 $\frac{1}{2}$	74,906 $\frac{1}{2}$	74,906 $\frac{1}{2}$
	Treihmittel	2,247 $\frac{1}{2}$	2,247 $\frac{1}{2}$	2,247 $\frac{1}{2}$
	Polyesteramid*	22,472 $\frac{1}{2}$	22,472 $\frac{1}{2}$	0,000 $\frac{1}{2}$
	Polyesterurethan**	0,000 $\frac{1}{2}$	0,000 $\frac{1}{2}$	22,472 $\frac{1}{2}$
	Fließhilfsmittel	0,375 $\frac{1}{2}$	0,375 $\frac{1}{2}$	0,375 $\frac{1}{2}$

Tabelle Ia Fortsetzung

Beispiel	Nr. 5	Nr. 6	Nr. 7	Nr. 8
Kalander	Druck Kalandervälzenpaar 1	10 N/cm <sup>2</sup>	10 N/cm <sup>2</sup>	10 N/cm <sup>2</sup>
	Druck Kalandervälzenpaar 2	30 N/cm <sup>2</sup>	30 N/cm <sup>2</sup>	30 N/cm <sup>2</sup>
	Druck Kalandervälzenpaar 3	50 N/cm <sup>2</sup>	50 N/cm <sup>2</sup>	50 N/cm <sup>2</sup>
	Druck Kalandervälzenpaar 4	70 N/cm <sup>2</sup>	70 N/cm <sup>2</sup>	70 N/cm <sup>2</sup>
Eckdaten	Durchmesser Endlosfilter	0,95 cm	0,85 cm	0,78 cm
	Durchmesser Filter komprimiert	0,78 cm	0,78 cm	0,78
	Dichte Endlosfilter	12,0 kg/m <sup>3</sup>	14,0 kg/m <sup>3</sup>	11,0 kg/m <sup>3</sup>
	Dichte Filter komprimiert	15,0 kg/m <sup>3</sup>	16,0 kg/m <sup>3</sup>	11,0 kg/m <sup>3</sup>
Bemerkungen	elastisch	elastisch	sehr elastisch	sehr elastisch
	flexibel	flexibel	sehr flexibel	sehr flexibel
	komprimierbar	komprimierbar	nicht komprimierbar	nicht komprimierbar
	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum

\* Polyesteramid Bayer AG BAK 1095, EP-A-0 641 817

\*\* Polyesterurethan Bayer AG Degranil DLN, DE-A-196 51 151

[0026] Die Drehzahlen des Zweiwellenextruders bewegen sich vorzugsweise zwischen 200 und 300 UpM. Die Drehzahl bestimmt gemeinsam mit der Dosiermenge der Ausgangsstoffe auch das Drehmoment der Extruderanlage

wesentlich. Für die Versuche wurde eine Drehzahl von 350 UpM gewählt. Eine optimale Expansion des Stärkeschaumes 20 wird bei Massetemperaturen der Schmelze von 160 bis 195°C erzielt. Diese Massetemperaturen wurden bei den Versuchen realisiert. In der Extruderanlage entstehen Betriebsdrücke von 25 bis 55 bar, wobei die besten Ergebnisse bei hohen Massendrücken erzielt werden. Bezüglich der Düsenkonfiguration wurden Variationen des Durchmessers, der Anzahl der Düsen und der Anordnung der Düsenöffnungen in der Düsenplatte untersucht. Die Düsenöffnungen wurden mit 1,5 bis 3 mm Durchmesser getestet, wobei die Anzahl der Düsen von 1 bis 3 Düsen variiert wurde. Die Anordnung der Düsenöffnung wurde vom Zentrum der Düsenplatte über einen mittleren Durchmesser bis zum größten Durchmesser getestet. Von den durchgeführten Versuchen des einstufigen Verfahrens wurde je eine Düse mit einem Öffnungsdurchmesser von 2,5 mm (Beispiel 1) bzw. 4 mm (Beispiele 2 bis 4), welche zentral platziert wurde, getestet.

**[0027]** Die Ausgangsstoffe für das Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemäßen Filtertows bzw. Filtermaterials sind:

Native Kartoffelstärke der Fa. Emsland, Typ Superior Treibmittel ( $\text{NaHCO}_3$ - $\text{CaCO}_3$ -Citronensäure-Mischung) Polyvinylalkohol der Fa. Hoechst vom Typ Mowiol 17-88 und Fließhilfsmittel (Tricalciumphosphat), sowie gegebenenfalls Polyesteramid (beziehbar von der Firma Bayer AG unter der Bezeichnung VP BAK 1095), wie aus EP-A-0 641 817 bekannt und Polyesterurethan (beziehbar von der Firma Bayer AG unter der Bezeichnung Degranil DLN), wie in DE-A- 196 15 151 vorgeschlagen.

**[0028]** Zur Dosierung der Stärke-Additiv-Mischung (Feststoffdosierung) dient ein einwelliges, volumetrisches Dosiergerät, wobei die Dosiermengen von den Betriebsparametern der Extruderanlage direkt abhängig sind. Das Gerät arbeitet mit einer Hohlwelle und hat einen Einsatzbereich von 1,5 kg/Std. bis 35 kg/Std. Die bevorzugten Dosiermengen sind aus der Fig. 4 ersichtlich.

**[0029]** Zur Flüssigdosierung dient ein Membrandosiergerät vom Typ Gamma/5 der Firma ProMint. In den Beispielen 1 bis 8 wurde die Flüssigkeitsmenge von 0 bis 5 Liter/Std. variiert. In Tabelle I sind die dosierten Volumen der Flüssigkeit als Hubmengeneinstellung (in 0,1 ml/Hub) pro Hubfrequenzeinstellung (in Hüben pro Minute) der Dosierpumpe angegeben. Bei der Einstellung des Dosiergerätes von 5 : 55 werden 0,5 ml pro Hub mit 55 Hüben pro Minute zudosiert. Dies ergibt eine Dosiermenge von 27,5 ml pro Minute.

**[0030]** Die Kalandieranlage 22 besteht aus vier hintereinanderlaufenden gefrästen Riemenscheiben. Der Durchmesser der Riemenscheiben und die Nutentiefe/Nutenbreite wurden bei den durchgeführten Versuchen variiert. Es wurde weiterhin der Einsatz von Zugfedern mit verschiedenen Zugstärken getestet, die einen Anpreßdruck der Riemenscheiben von 5 bis 100 N erzeugen können. Die bevorzugten Anpreßdrücke der Kalandieranlage sind aus Tabelle I ersichtlich. Der Endlosfilter 7 des Stärkeschaumes 20 wurde dabei unterschiedlich stark verkleinert und schließlich auf einen standardisierten Enddurchmesser gebracht.

**[0031]** Bei einer anschließenden Konditionierung wird der Stärkeschaum 20 gegebenenfalls auf eine bestimmte Restfeuchte eingestellt.

**[0032]** Als Konfigurationsanlage 8 wird ein Stranggranulator mit eingebauter Einzugschwalze verwendet. Durch Einstellung der Messerdrehzahl und der Anzahl der Messer kann bei konstanter Einzugschwindigkeit die Länge der Filterelemente 1 bzw. Zigarettenfilter eingestellt werden. Anhand der durchgeführten Beispiele wurden folgende Erkenntnisse gewonnen:

Bei Erhöhung der Schneckendrehzahl der Extruderanlage steigen der Massedruck und die Schmelztemperatur an und die Expansion des Stärkeschaumes verbessert sich. Gleichzeitig muß die Dosiermenge erhöht werden, um diesen Effekt beibehalten zu können. Eine große zudosierte Flüssigkeitsmenge hat die Auswirkung, daß der Stärkeschaum direkt hinter der Düse stark expandiert, aber dann in sich zusammenfällt. Deshalb muß das Dosiermengenverhältnis der Feststoffe und der Flüssigkeit genau abgestimmt werden. Die einstellbaren Betriebsparameter werden durch das maximale Drehmoment der Extruderanlage 3 begrenzt, so daß die Durchsatzmenge und die Temperaturführung während dem Bearbeiten der Ausgangsstoffe im Extruder im mittleren Bereich liegen. Je nach den eingestellten Betriebsparametern der Extruder- und Dosieranlagen hat der Endlosfilter 7 aus Stärkeschaum 20 vor dem Durchlaufen der Kalandieranlage 22 eine Dichte von  $6 \text{ kg/m}^3$  bis  $10 \text{ kg/m}^3$ . Nach der Kompression in der Kalandieranlage 22 steigt die Dichte des Endlosfilters 7 durch Volumenverkleinerung bei konstanter Masse an. Dieser Dichteanstieg ist wesentlich von dem Durchmesser des Endlosfilters 7 vor der Kalandieranlage 22, der Anzahl der Riemenscheiben und den Anpreßdrücken abhängig.

**[0033]** Bei einer zweistufigen Verfahrensgestaltung wird zunächst ein Stärkegranulat nach einem bekannten Verfahren (z.B. DE-A-43 17 696 oder WO 90/05161) hergestellt. Anschließend erfolgt die Verarbeitung der Stärkegranulate durch erneute Extrusion in einem Einwellenextruder zu einem Stärkeschaumstrang und die Konfektionierung zum Filtertow bzw. Filterelement 1 unter Bedingungen, ähnlich denen des einstufigen Verfahrens. Auf eine ausführliche Ver-

fahrensbeschreibung wird daher verzichtet. Die Tabellen II und IIa zeigen anhand von je vier Beispielen Verfahrensbedingungen und Rezepturen zur Herstellung von thermoplastischem Stärke-Polymer-Granulat (1. Verfahrensstufe):

Tabelle II

## Beispiel

## Zweiwellenextruder

	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3	Nr. 4
Extruderdaten	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37
Temp. Zone 1	40°C	40°C	40°C	40°C
Temp. Zone 2	70°C	70°C	70°C	70°C
Temp. Zone 3	120°C	120°C	120°C	120°C
Temp. Zone 4	120°C	120°C	120°C	120°C
Temp. Zone 5	120°C	120°C	120°C	120°C
Temp. Zone 6	120°C	120°C	120°C	120°C
Upm	350	350	350	350
Drehmoment $\frac{1}{2}$	70	70	70	70
Temp. Schmelze	125°C	125°C	125°C	125°C
Druck Schmelze	50 bar	40 bar	30 bar	30 bar
Düsenedurchmesser	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm
Düsenanzahl	2	2	2	2
Düsenplatzierung	parallel	parallel	parallel	parallel
Dosierung	Flüssigdosierung, Wasser	25/55	25/55	25/55
	Feststoffdosierung	23,0 kg/h	23,0 kg/h	23,0 kg/h
Rezepturen	Kartoffelstärke	74,906 t	74,906 t	96,618 t
	Treibmittel	2,247 t	2,247 t	2,877 t
	PVOH	22,472 t	22,472 t	0,000 t
	Fließhilfsmittel	0,375 t	0,375 t	0,483 t
Eckdaten	Durchmesser Granulat	0,20 cm	0,20 cm	0,20 cm
Bemerkungen	Das thermoplastische Stärke-Polymer-Granulat wird auf einem Einwellenextruder zu dem erfindungsgemäßen Filtertrow aus BIOPUR-Stärke-Schaum weiterverarbeitet / Tabelle III			

Tabelle IIa

Beispiel		Nr. 5	Nr. 6	Nr. 7	Nr. 8
Zweilwellenextruder					
Extruderdaten Typ		Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37
Temp. Zone 1		40°C	40°C	40°C	40°C
Temp. Zone 2		70°C	70°C	70°C	70°C
Temp. Zone 3		150°C	150°C	150°C	150°C
Temp. Zone 4		170°C	170°C	170°C	170°C
Temp. Zone 5		185°C	185°C	185°C	185°C
Temp. Zone 6		200°C	200°C	200°C	200°C
Upm		350	350	350	350
Drehmoment %		86	70	78	70
Temp. Schmelze		205°C	205°C	205°C	205°C
Druck Schmelze		50 bar	40 bar	40 bar	30 bar
Düsendurchmesser		1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm
Düsenanzahl		2	2	2	2
Düsenplatzierung		parallel	parallel	parallel	parallel
Dosierung	Flüssigdosierung, Wasser	25/55	15/55	25/55	15/55
	Feststoffdosierung	23,0 kg/h	18,0 kg/h	23,0 kg/h	18,0 kg/h
Rezepturen	Kartoffelstärke	74,906 %	74,906 %	74,906 %	96,618 %
	Polyesteramid*	22,472 %	22,472 %	0,000 %	0,000 %
	Polyesterurethan**	0,000 %	0,000 %	22,472 %	22,472 %
	Fließhilfsmittel	0,375 %	0,375 %	0,375 %	0,375 %
Eckdaten	Durchmesser Granulat	0,20 cm	0,20 cm	0,20 cm	0,20 cm
Bemerkungen	Das thermoplastische Stärke-Polymer-Granulat wird auf einem Einwellenextruder zu dem erfindungsgemäßen Filtertow aus BIOPUR-Stärke-Schaum weiterverarbeitet / Tabelle III				

\* Polyesteramid Bayer AG BAK1095, EP-A-0641 817

\*\* Polyesterurethan Bayer AG Degranil DLN, DE-A-196 51 151

[0034] Die Tabellen III und IIIa zeigen die Verfahrensbedingungen zur Herstellung von Filtertows bzw. Filtermaterial aus zu Stärkeschaum verarbeiteten thermoplastischem Stärke-Polymer-Granulat (2. Verfahrensstufe):

Tabelle III

	Beispiel	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3	Nr. 4
5	Einwellenextruder				
	Extruderdaten	Schneckendurchmesser	50 mm	50 mm	50 mm
10		Schneckenlänge	135 cm	135 cm	135 cm
		Verweilzeit	45 s	45 s	45 s
		Temp. Zone 1	40°C	40°C	40°C
		Temp. Zone 2	70°C	70°C	70°C
15		Temp. Zone 3	190°C	190°C	190°C
		Temp. Zone 4	190°C	190°C	190°C
		Temp. Zone 5	190°C	190°C	190°C
20		Temp. Zone 6	195°C	190°C	185°C
		Upm	350	350	350
		Stromaufnahme	25 Ampere	26 Ampere	27 Ampere
		Temp. Schmelze	197°C	192°C	187°C
25		Druck Schmelze	50 bar	50 bar	30 bar
		Düsendurchmesser	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm
		Düsenzahl	2	2	2
30		Düsenplatzierung	parallel	parallel	parallel
35	Dosierung	Feststoffdosierung	48,0 kg/h	48,0 kg/h	48,0 kg/h
40	Rezepturen	s. Tabelle II	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3
	Kalander	Druck Kalanderwalzenpaar 1	10 N/cm <sup>2</sup>	10 N/cm <sup>2</sup>	10 N/cm <sup>2</sup>
		Druck Kalanderwalzenpaar 2	30 N/cm <sup>2</sup>	30 N/cm <sup>2</sup>	30 N/cm <sup>2</sup>
45		Druck Kalanderwalzenpaar 3	50 N/cm <sup>2</sup>	50 N/cm <sup>2</sup>	50 N/cm <sup>2</sup>
		Druck Kalanderwalzenpaar 4	70 N/cm <sup>2</sup>	70 N/cm <sup>2</sup>	70 N/cm <sup>2</sup>
50	Eckdaten	Durchmesser Endlosfilter	0,97 cm	0,85 cm	0,83 cm
		Durchmesser Filter komprimiert	0,78 cm	0,78 cm	nicht meßbar
55		Dichte Endlosfilter	10,2 kg/m <sup>3</sup>	10,1 kg/m <sup>3</sup>	9,5 kg/m <sup>3</sup>

EP 0 861 036 B1

Tabelle III (fortgesetzt)

Beispiel		Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3	Nr. 4
Einwellenextruder					
	Dichte Filter komprimiert	15,7 kg/m <sup>3</sup>	13,1 kg/m <sup>3</sup>	10,7 kg/m <sup>3</sup>	
Bemerkungen		elastisch	elastisch	elastisch	sehr fest
		flexibel	flexibel	flexibel	brüchig
		komprimierbar	komprimierbar	komprimierbar	nicht komprimierbar
		offenporiger Schaum	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum	grobe Struktur

Tabelle IIIa

Beispiel		Nr. 5	Nr. 6	Nr. 7	Nr. 8
Einwellenextruder					
Extruderdaten	Schneckendurchmesser	50 mm	50 mm	50 mm	50 mm
	Schneckenlänge	135 cm	135 cm	135 cm	135 cm
	Verweilzeit	45 s	45 s	45 s	45 s
Temp. Zone 1		40°C	40°C	40°C	40°C
Temp. Zone 2		70°C	70°C	70°C	70°C
Temp. Zone 3		190°C	190°C	190°C	190°C
Temp. Zone 4		190°C	190°C	190°C	190°C
Temp. Zone 5		190°C	190°C	190°C	190°C
Temp. Zone 6		195°C	190°C	185°C	190°C
Upm		350	350	350	350
Stromaufnahme		25 Ampere	26 Ampere	27 Ampere	26 Ampere
Temp. Schmelze		208°C	208°C	205°C	208°C
Druck Schmelze		280 bar	280 bar	260 bar	260 bar
Düsendurchmesser		1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm
Düsenzahl		2	2	2	2
Düsenplatzierung		parallel	parallel	parallel	parallel
Dosierung	Feststoffdosierung	48,0 kg/h	48,0 kg/h	48,0 kg/h	48,0 kg/h
Rezepturen	s. Tabelle IIa	Nr. 5	Nr. 6	Nr. 7	Nr. 8
Kalander	Druck Kalanderwalzenpaar 1	10 N/cm <sup>2</sup>	10 N/cm <sup>2</sup>	10 N/cm <sup>2</sup>	10 N/cm <sup>2</sup>

Tabelle IIIa (fortgesetzt)

Beispiel		Nr. 5	Nr. 6	Nr. 7	Nr. 8
Einwellenextruder					
5	Druck Kalanderswalzenpaar 2	30 N/cm <sup>2</sup>	30 N/cm <sup>2</sup>	30 N/cm <sup>2</sup>	30 N/cm <sup>2</sup>
	Druck Kalanderswalzenpaar 3	50 N/cm <sup>2</sup>	50 N/cm <sup>2</sup>	50 N/cm <sup>2</sup>	50 N/cm <sup>2</sup>
10	Druck Kalanderswalzenpaar 4	70 N/cm <sup>2</sup>	70 N/cm <sup>2</sup>	70 N/cm <sup>2</sup>	70 N/cm <sup>2</sup>
	Eckdaten Durchmesser Endlosfilter	0,97 cm	0,90 cm	0,78 cm	0,78 cm
15	Durchmesser Filter komprimiert	0,78 cm	0,78 cm	0,78 cm	0,78 cm
	Dichte Endlosfilter	9,5 kg/m <sup>3</sup>	9,5 kg/m <sup>3</sup>	9,5 kg/m <sup>3</sup>	9,0 kg/m <sup>3</sup>
20	Dichte Filter komprimiert	12,0 kg/m <sup>3</sup>	11,0 kg/m <sup>3</sup>	9,5 kg/m <sup>3</sup>	9,0 kg/m <sup>3</sup>
	Bemerkungen	elastisch	elastisch	sehr elastisch	sehr elastisch
25		flexibel	flexibel	sehr flexibel	sehr flexibel
		komprimierbar	komprimierbar	nicht komprimierbar	nicht komprimierbar
30		offenporiger Schaum	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum

[0035] Fig. 4 zeigt graphisch dargestellt Ergebnisse biologischer Abbaubarkeitstests für das erfindungsgemäße Filtermaterial, wobei Linie a) Stärkeschaum, Linie b) Fasern und Folien (Stärkewerkstoff BIOFLEX® BF 102), Linie c) Cellulosepulver und Linie d) Cellulose-2,5-acetat darstellt. Die wesentliche Eigenschaft des erfindungsgemäßen Filtermaterials ist der schnelle biologische Abbau. Diese Eigenschaft wurde an dem Stärkopolymerwerkstoff BIOFLEX® BF 102 nach folgender Methode (beim Institut O.W.S. in Gent, Belgien) getestet: CEN Draft "Evaluation of the Ultimate Aerobic Biodegradability and Disintegration of Packing Materials under Controlled Composting Conditions - Method by Analysis of Released Carbon Dioxide" entsprechend modifizierter ASTM D 5338-92. Der Stärkewerkstoff BIOFLEX® BF 102, aus dem die Fasern und Folien zur Herstellung des erfindungsgemäßen Filtertows bzw. Filtermaterials bestehen, war nach 45 Tagen zu 96,6 % unter den Testbedingungen mineralisiert. Die Referenzsubstanz, reines Cellulosepulver (Linie c)), das als vollständig biologisch abbaubar gilt, war in der gleichen Zeit unter den gleichen Bedingungen nur zu 79,6 % abgebaut. Daher kann BIOFLEX® BF 102 laut Gutachten des Institutes O.W.S. als vollständig biologisch abbaubar gelten. Das Filtermaterial aus Stärkeschaum (Linie d)) ist aufgrund seiner porösen Oberfläche und Polymerzusammensetzung noch schneller vollständig abbaubar. Die sehr gute biochemische Abbaubarkeit wurde ermittelt durch den CSB (chemischer Sauerstoffbedarf in mg/l) und den BSB<sub>5</sub> (Biologischer Sauerstoffbedarf in mg/l), wobei ein CSB von 1050 mg/l und ein BSB<sub>5</sub> von 700 mg/l gemessen wurden. Der Quotient aus BSB<sub>5</sub>/CSB x 100 ergibt die sehr hohe biochemische Abbaubarkeit von 66 %, wobei Werte von mehr als 50 % als sehr gut abbaubar gelten. Bereits nach 10 Tagen war das Filtermaterial aus Stärkeschaum unter aeroben Kompostbedingungen zu mehr als 90 % biologisch abgebaut. Alle durch erfindungsgemäß Verfahren hergestellten Filtermaterialien entsprechen den Qualitätsanforderungen des LAGA-Merkblatt M 10: Qualitätskriterien und Anwendungsempfehlungen für Kompost sowie der DIN 54 900: "Prüfung der Kompostierbarkeit von polymeren Werkstoffen" und dem "ok Compost" Zertifikat.

#### Patentansprüche

- Verfahren zur Herstellung von biologisch abbaubaren Filterelementen (1) bzw. Filterzows für Tabakrauchfilterelemente mit einem Filtermaterial aus einer Stärke und/oder einer Polymermischung auf Stärkebasis mit den folgenden Verfahrensschritten:

a) kontinuierliches Zuführen einer dosierten Mischung aus nachwachsenden Rohstoffen und/oder einer Polymermischung auf Stärkebasis sowie weiteren Additiven in eine Extruderanlage, wobei die weiteren Additive Polyvinylalkohol, Polyesteramid und/oder Polyesterurethan, ein Fließhilfsmittel sowie gegebenenfalls ein Treibmittel sind,

b) Erhitzen und Kneten der Mischung unter einem definierter Temperatur-Druckregime zur Ausbildung einer Schmelze,

c) Extrudieren der Schmelze durch eine Düse,

d) Ausbilden eines Extrudates mit luftdurchlässiger Konfiguration,

e) Komprimieren des Extrudates und Ausbilden eines endlosen Rundfilterstabes und

f) Umhüllen des Rundfilterstabes und Ausbilden einzelner Filterelemente.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schritte c) und d) kontinuierlich aufeinanderfolgen.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in einer ersten Verfahrensstufe mit den Schritten a) bis c) ein thermoplastisches Stärke-Polymer-Granulat hergestellt wird, das in einer zweiten Verfahrensstufe in einem Einwellenextruder nach den Schritten a) bis f) zu Filterelementen verarbeitet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß der in den Verfahrensschritten a) bis c) eingesetzte Extruder ein Zweiwellenextruder ist.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der nachwachsende Rohstoff eine native oder modifizierte Stärke, vorzugsweise eine native Kartoffelstärke ist.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Extrudat als Stinnfäden, Folie oder Schaum ausgetragen wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsen mehr als 1000 Düsenöffnungen für die Extrusion von Spinnfäden, 1 bis 2 Düsenöffnungen für die Extrusion von Folien bzw. 1 bis 40 Düsenöffnungen für die Extrusion von Schaum aufweisen.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Düse für die Extrusion von Folien eine Breitschlitzdüse oder eine Ringdüse bzw. Doppelringdüse ist und eine Flachfolie oder eine geblasene Folie geformt wird.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Extruderanlagen mehrere Temperaturzonen, vorzugsweise sechs Temperaturzonen aufweisen.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Verfahrensschritt a) in einer 1. und 2. Temperaturzone und der Verfahrensschritt b) in einer 3. bis 6. Temperaturzone abläuft.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1, 2 oder 4 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das folgende Temperaturregime gefahren wird:

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	70 - 110°C
Zone 3:	110 - 160°C
Zone 4:	150 - 220°C
Zone 5:	180 - 220°C
Zone 6:	180 - 220°C

und die Schmelze als Schaum bei 180 - 220°C extrudiert wird.

12. Verfahren nach Anspruch 3 oder Anspruch 3 in Kombination mit einem der Ansprüche 4 bis 10, dadurch gekennzeichnet,

zeichnet, daß das folgende Temperaturregime gefahren wird:

5

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	60 - 100°C
Zone 3:	90 - 120°C
Zone 4:	90 - 120°C
Zone 5:	90 - 120°C
Zone 6:	90 - 125°C

10

15

und die Schmelze als Granulat bei 80 - 180°C extrudiert wird.

13. Verfahren nach Anspruch 3 oder Anspruch 3 in Kombination mit einem der Ansprüche 4 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das folgende Temperaturregime gefahren wird:

20

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	60 - 120°C
Zone 3:	100 - 190°C
Zone 4:	140 - 190°C
Zone 5:	140 - 190°C
Zone 6:	140 - 200°C

25

30

und die Schmelze als Schaum bei 150 - 200°C extrudiert wird.

35

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Schmelze vor dem Extrudieren plastifiziert wird.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß das Filtermaterial strangförmig, quersaxial verdichtet und umhüllt ist.

#### 40 Claims

1. Method for preparing biodegradable filter elements (1) or filter tows for tobacco smoke filter elements including a filter material from starch and/or a starch-based polymer composition, comprising the following method steps:

45

- a) continuously supplying a dosed mixture of renewable raw materials and/or a starch-based polymer composition as well as further additives in an extruder arrangement, wherein the further additives are polyvinyl alcohol, polyester amide and/or polyester urethane, a flow auxiliary and optionally a blowing agent,  
b) heating and kneading the mixture under a defined temperature-pressure characteristic for the development of a melt,

50

- c) extruding the melt through a die,  
d) developing an extrudate with air-permeable configuration,  
e) compressing the extrudate and developing of an endless round filter rod, and  
f) wrapping the round filter rod and developing single filter elements.

55

2. The method according to claim 1, characterized in that steps c) and d) continuously follow each other.

3. The method according to claim 1, characterized in that in a first method step comprising steps a) to c) a thermoplastic starch polymer granulate is prepared which is processed in a single-shaft extruder to filter elements in a sec-

ond method step according to steps a) to f).

4. The method according to claim 1 or 3, characterized in that the extruder used in method steps a) to c) is a double shaft extruder.

5. The method according to any one of claims 1 to 4, characterized in that the renewable raw material is a native or modified starch, preferably a native potato starch.

6. The method according to any one of claims 1 to 5, characterized in that the extrudate is extruded as filaments, a film or foam.

7. The method according to any one of claims 1 to 6, characterized in that the dies have more than 1000 die orifices for the extrusion of filaments, 1 to 2 die orifices for the extrusion of films and 1 to 40 die orifices for the extrusion of foam, respectively.

8. The method according to any one of claims 1 to 7, characterized in that the die for the extrusion of films is a film die or a tubular die or double tubular die and that a flat film or a blown film is formed.

9. The method according to any one of claims 1 to 8, characterized in that the extruder arrangements have a plurality of temperature zones, preferably six temperature zones.

10. The method according to any one of claims 1 to 9, characterized in that method step a) takes place in a first and second temperature zone and method step b) takes place in a third to sixth temperature zone.

11. The method according to any one of claims 1, 2 or 4 to 10, characterized in that the following temperature profile is used:

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	70 - 110°C
Zone 3:	110 - 160°C
Zone 4:	150 - 220°C
Zone 5:	180 - 220°C
Zone 6:	180 - 220°C

and the melt is extruded at 180 - 220°C as a foam.

12. The method according to claim 3 or claim 3 in combination with any one of claims 4 to 10, characterized in that the following temperature profile is used:

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	60 - 100°C
Zone 3:	90 - 120°C
Zone 4:	90 - 120°C
Zone 5:	90 - 120°C
Zone 6:	90 - 125°C

and the melt is extruded at 80 - 180°C as a granulate.

13. The method according to claim 3 or claim 3 in combination with any of claims 4 to 10, characterized in that the following temperature profile is used:

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	60 - 120°C
Zone 3:	100 - 190°C
Zone 4:	140 - 190°C
Zone 5:	140 - 190°C
Zone 6:	140 - 200°C

and the melt is extruded at 150 - 200°C as a foam.

14. The method according to any one of claims 1 to 13, characterized in that the melt is plasticized before extrusion.

15. The method according to any one of claims 1 to 14, characterized in that the filter material is compressed to a strand transversely to its axis and wrapped.

#### Revendications

1. Procédé de fabrication d'éléments filtrants biodégradables (1) et de tissus filtrants pour filtres à fumée de tabac au moyen d'un matériau filtrant à base d'un amidon et/ou d'un mélange de polymères à base d'amidon, comportant les étapes de processus suivantes:

- alimentation continue d'un mélange dosé de matières premières de régénération et/ou d'un mélange de polymères à base d'amidon ainsi que d'autres additifs, dans une installation d'extrusion, les autres additifs étant du poly(alcool vinylique), du polyesteramide et/ou du polyesteruréthane, un agent fluidifiant et éventuellement un agent gonflant,
- chauffage et malaxage du mélange sous un régime température-pression défini pour former une masse fondue,
- extrusion de la masse fondue par une filière,
- production d'un extrudat à configuration perméable à l'air,
- compression de l'extrudat et formation d'une tige ronde sans fin de matériau filtrant et
- enrobage de la tige ronde sans fin de matériau filtrant et formation de filtres séparés.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les étapes c) et d) se succèdent en continu.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, en une première étape de processus, on prépare via les étapes a) à c) un granulé de polymère d'amidon thermoplastique qui est retraité en une deuxième étape de processus, dans une extrudeuse à un arbre et via les étapes a) à f) en filtres séparés.

4. Procédé selon la revendication 1 ou 3, caractérisé en ce que l'extrudeuse utilisée dans les étapes de processus a) à c) est une extrudeuse à deux arbres.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la matière première à régénération est un amidon natif ou modifié, de préférence un amidon de pomme de terre natif.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'extrudat est déchargé sous forme de fils, de feuilles ou de mousse.

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que les filières présentent plus de 1000 orifices pour l'extrusion de fils, de 1 à 2 orifices pour l'extrusion de feuilles et de 1 à 40 orifices pour l'extrusion de mousses.

8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la filière d'extrusion de feuilles est une filière

à fente large ou une filière annulaire ou annulaire double, et que l'on forme une feuille plate ou une feuille soufflée.

9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que les installations d'extrusion comportent plusieurs zones de température, de préférence six zones de température.

5

10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que l'étape de processus a) se déroule dans une première et une deuxième zone de température, et l'étape de processus b) se déroule dans des troisième à sixième zones de température.

10 11. Procédé selon l'une des revendications 1, 2 ou 4 à 10, caractérisé en ce que le régime de température suivant est appliqué:

15

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	70 - 110°C
Zone 3:	110 - 160°C
Zone 4:	150 - 220°C
Zone 5:	180 - 220°C
Zone 6:	180 - 220°C

20

25 et que la masse fondue est extrudée sous forme de mousse à 180 à 220°C.

12. Procédé selon la revendication 3 ou la revendication 3 combinée à l'une des revendications 4 à 10, caractérisé en ce que le régime de température suivant est appliqué:

30

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	60 - 100°C
Zone 3:	90 - 120°C
Zone 4:	90 - 120°C
Zone 5:	90 - 120°C
Zone 6:	90 - 125°C

35

40

et que la masse fondue est extrudée sous forme de granulés à 80 - 180°C.

13. Procédé selon la revendication 3 ou la revendication 3 combinée à l'une des revendications 4 à 10, caractérisé en ce que le régime de température suivant est appliqué:

45

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	60 - 120°C
Zone 3:	100 - 190°C
Zone 4:	140 - 190°C
Zone 5:	140 - 190°C
Zone 6:	140 - 200°C

50

55

## EP 0 861 036 B1

et que la masse fondue est extrudée sous forme de mousse à 150 - 200°C.

14. Procédé selon l'une des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que la masse fondue est plastifiée avant l'extrusion.

5 15. Procédé selon l'une des revendications 1 à 14, caractérisé en ce que le matériau filtrant est comprimé en forme de boyau dans le sens de l'axe transversal et enrobé.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

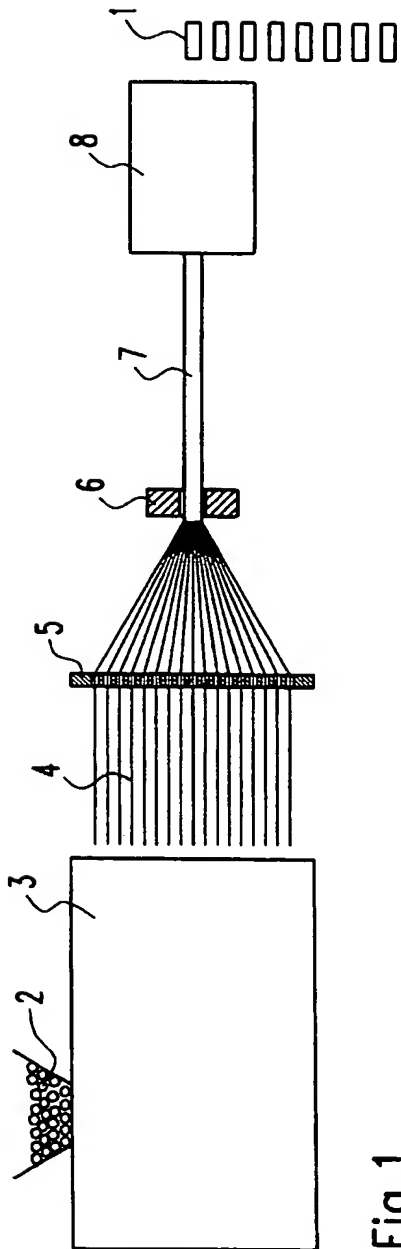
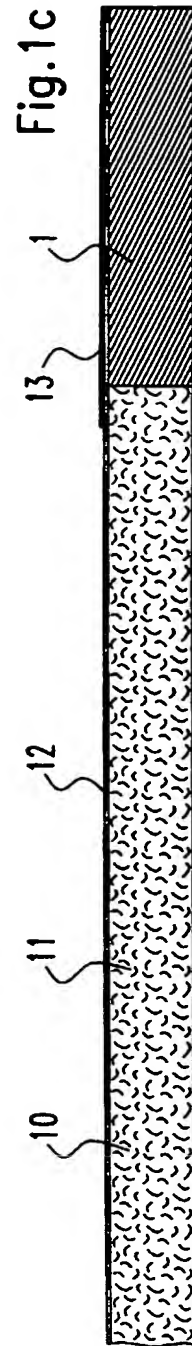
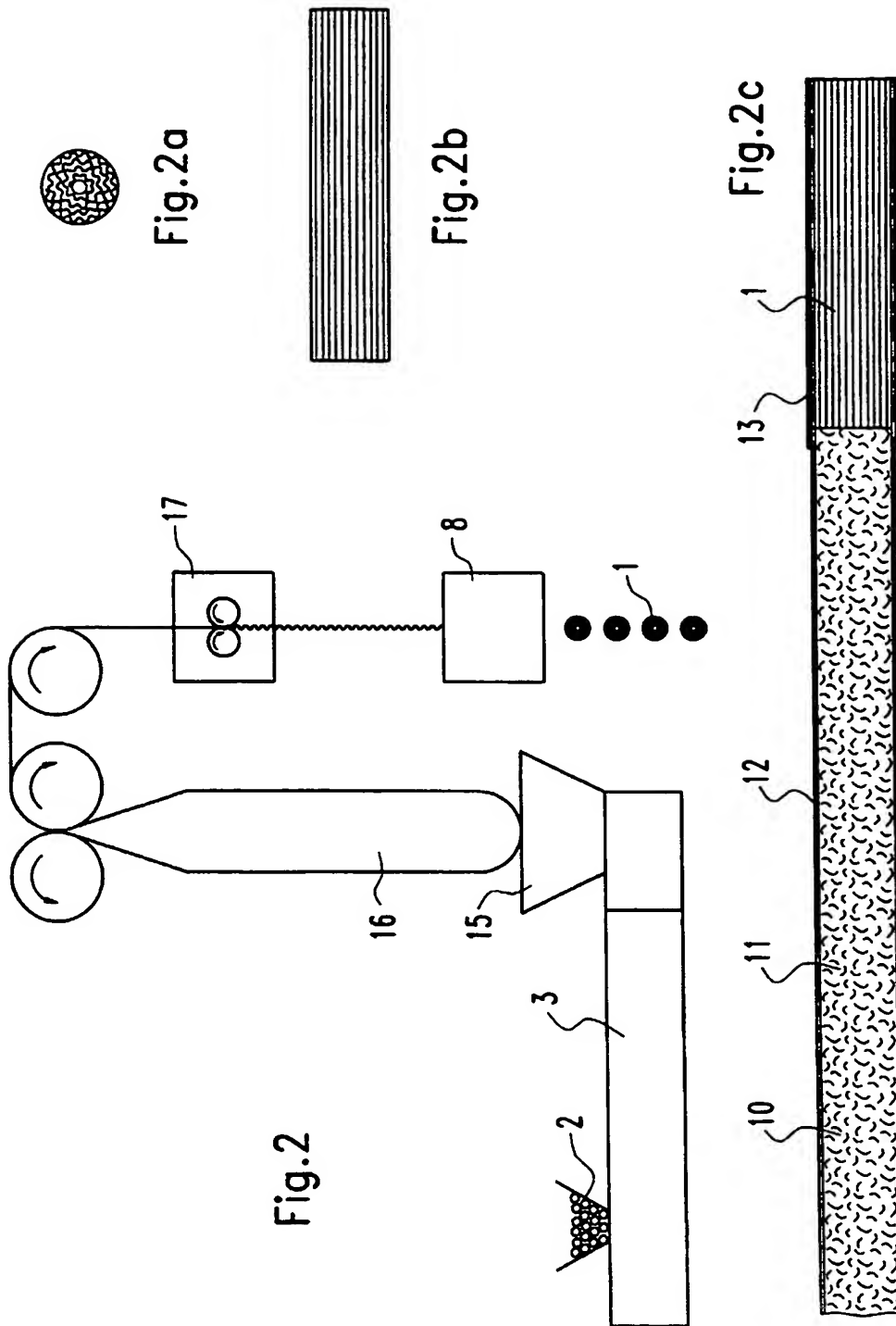


Fig. 1a

Fig. 1b





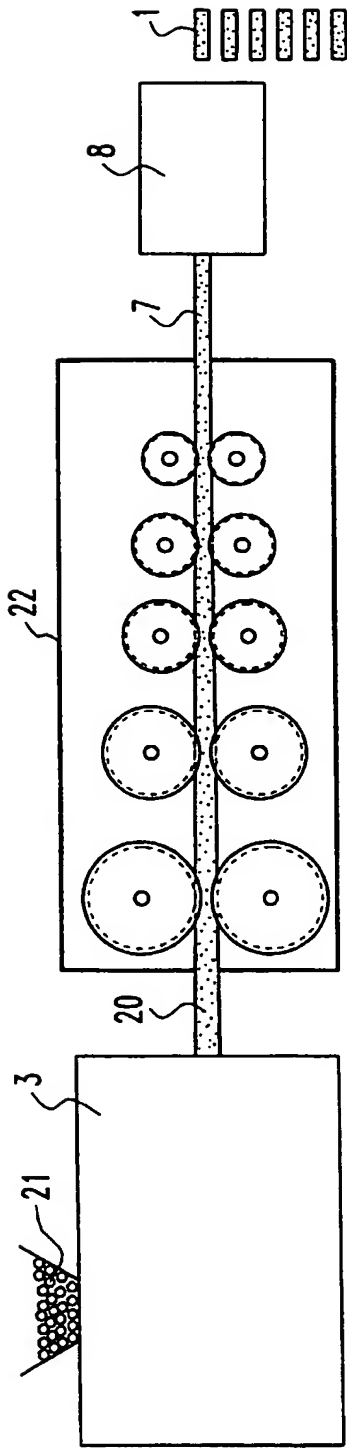
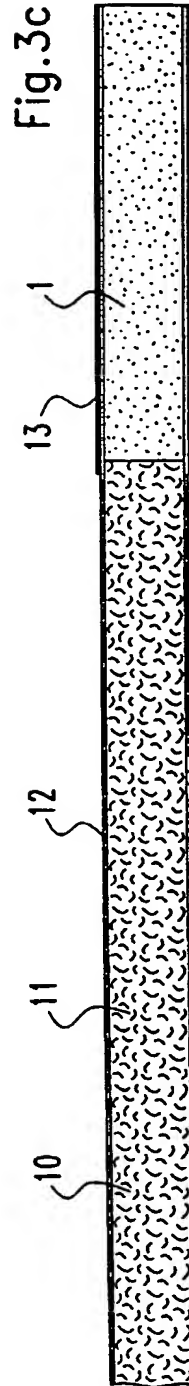


Fig. 3



Fig. 3a

Fig. 3b



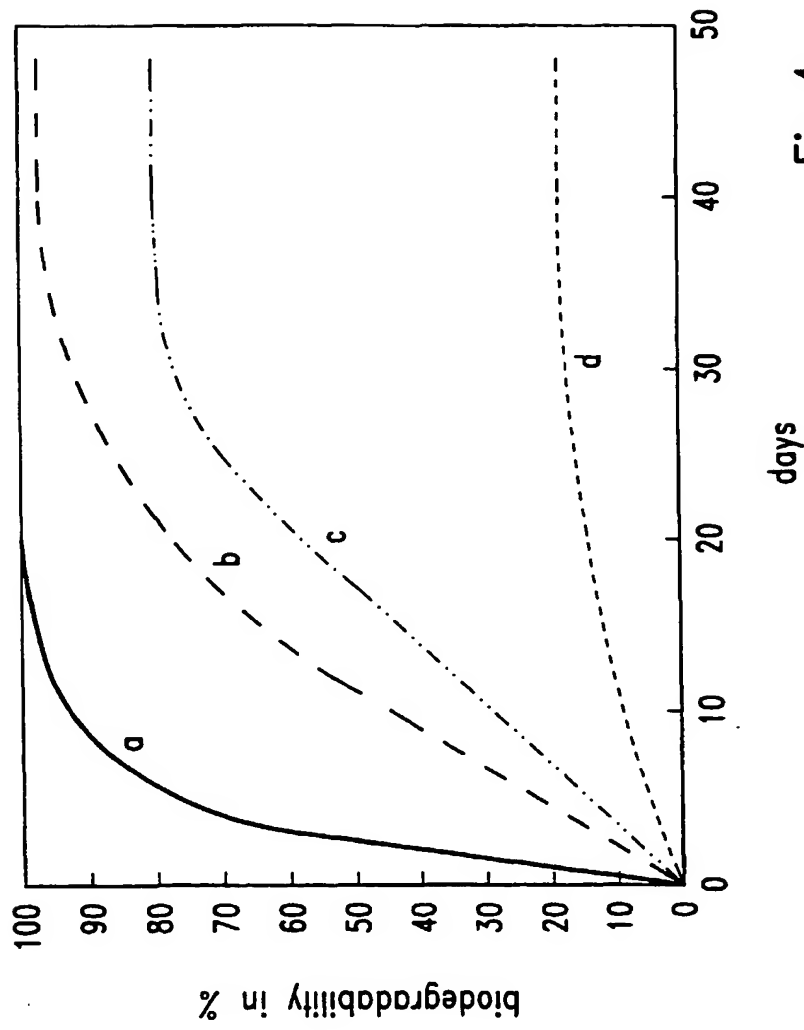


Fig.4